# (12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



# 

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
3. März 2005 (03.03.2005)

**PCT** 

# (10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 2005/018772 A1

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: B01F 5/06, 3/04

B01D 11/04,

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP2004/006043

(22) Internationales Anmeldedatum:

4. Juni 2004 (04.06.2004)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

103 33 921.3

25. Juli 2003 (25.07.2003) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): WELLA AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Berliner Allee 65, 64274 Darmstadt (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Eriinder/Anmelder (nur für US): SCHANZ, Gerhard [DE/DE]; Klausenburger Str. 128, 64295 Darmstadt (DE).

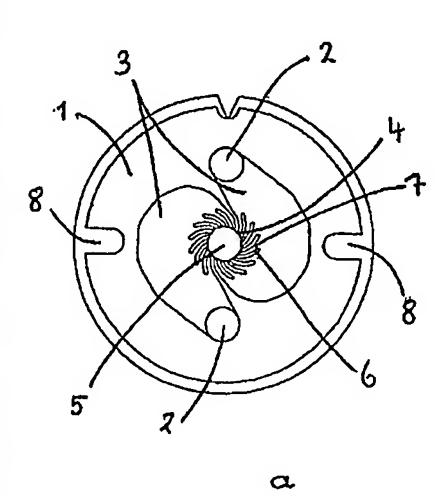
SENDELBACH, Gerhard [DE/DE]; Robert-Koch-Str. 22, 64297 Darmstadt (DE).

- (74) Gemeinsamer Vertreter: WELLA AKTIENGE-SELLSCHAFT; Berliner Allee 65, 64274 Darmstadt (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfüghare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, FT, LU, MC, NL, PL, PT,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: EXTRACTION METHOD USING A STATIC MICROMIXER

(54) Bezeichnung: EXTRAKTIONSVERFAHREN UNTER VERWENDUNG EINES STATISCHEN MIKROMISCHERS



- (57) Abstract: The invention relates to a method for extracting at least one substance from a fluid starting material by means of a suitable extraction agent, using a static micromixer for mixing the starting material with the extraction agent. Said static micromixer comprises plate-shaped components, the plate (1) being provided with at least one inlet (2) for supplying at least one fluid flow into a connection channel (3) located in the plate plane, and at least one outlet (4) for discharging the fluid flow into a mixing region (5) located in the plate plane. Said inlet (2) communicates with the outlets (4) by means of the connection channel (3) located in the plate plane, and the connection channel is split into at least two partial channels (7), by means of microstructural units (6), before ending in the mixing region (5). According to the invention, the widths of the partial channels are measured in the millimetre to submillimetre range and are smaller than the width of the mixing region (5).
- (57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren beschrieben zur Extraktion einer oder mehrerer Substanzen aus einem fluiden Ausgangsmaterial mit einem geeigneten Extraktionsmittel unter Verwendung eines statischen Mikromischers zur Vermischung des Ausgangsmaterials mit dem Extraktionsmittel. Der statische Mikromischer weist plattenförmige Bauteile auf, wobei die Platte

(1) mindestens eine Eintrittsöffnung (2) für den Eintritt mindestens eines Fluidstroms in einen in der Plattenebene liegenden Verbindungskanal (3) und mindestens eine Austrittsöffnung (4) für den Austritt des Fluidstroms in eine in der Plattenebene liegende Mischzone (5) aufweist, wobei die Eintrittsöffnung (2) mit den Austrittsöffnungen (4) durch den in der Plattenebene liegenden Verbindungskanal (3) kommunizierend verbunden ist und wobei der Verbindungskanal (3) vor der Mündung in die Mischzone (5) durch Mikrostruktureinheiten (6) in zwei oder mehr Teilkanäle (7) aufgespalten wird, wobei die Breiten der Teilkanäle im Millimeter- bis Submillimeterbereich liegen und kleiner sind als die Breite der Mischzone (5).

RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Veröffentlicht:

, T

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

PCT/EP2004/006043

WO 2005/018772

1

#### Beschreibung

Extraktionsverfahren unter Verwendung eines statischen Mikromischers

5

10

20

25

30

\_7

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Extraktion einer oder mehrerer Substanzen aus einem fluiden Ausgangsmaterial mit einem geeigneten Extraktionsmittel unter Verwendung eines statischen Mikromischers zur Vermischung des Ausgangsmaterials mit dem Extraktionsmittel.

Bei der Extraktion wird ein Lösemittel (Extraktionsmittel) zur Abtrennung einer oder mehrerer Komponenten aus einem Stoffgemisch benutzt. Fluide Stoffgemische können flüssig oder gasförmig sein. Unter Extraktion wird im allgemeinen die Anreicherung oder Gewinnung von Stoffen aus Flüssigkeitsgemischen mit Hilfe von selektiv wirkenden nichtmischbaren Lösemitteln verstanden. Es können aber auch Stoffe aus gasförmigen Gemischen mittels geeigneter Lösemittel extrahiert werden.

Extraktionsverfahren spielen insbesondere dann eine Rolle, wenn thermische Verfahren wie die Destillation ungeeignet sind. Extraktionsverfahren können z.B. angewendet werden bei der Trennung von Systemen mit ähnlichen Siedepunkten, z.B. der Aromatenextraktion aus Kohlenwasserstoffen, z.B. Erdölfraktionen; Abtrennung von hochsiedenden Stoffen aus wässrigen Systemen (z.B. Phenole); Abtrennung von temperaturempfindlichen Stoffen, z.B. biologische oder biotechnologisch gewonnene Stoffe (z.B. Antibiotika aus Fermentationslösungen); Trennung azeotroper Mischungen; Extraktion von

15

20

25

30

2

organischen Stoffen aus Salzlösungen; Extraktion von Salzen aus Polymerlösungen; Extraktion von Metallsalzen aus Erzen zur Metallgewinnung oder aus Abwasser zur Abwasserreinigung, z.B. Extraktion von Kupfer, Nickel und Kobalt aus wässrigen Salzlösungen mit in Kerosin gelösten Hydroxyoximen; Aufarbeitung von Kernbrennstoffen, z.B. Extraktion von Uran-, Plutonium- und Thoriumsalzen durch Tributylphosphat; oder generell als Reinigungsoperation in der chemischen Verfahrenstechnik.

Die Fluidextraktion basiert auf dem Verteilungsgleichgewicht der zu extrahierenden Stoffe zwischen zwei nicht mischbaren fluiden Phasen. Eine zu extrahierende Komponente (Extraktstoff) liegt in einem fluiden Trägermedium gelöst oder dispergiert vor. Ein mit dem Trägermedium nicht mischbares Lösemittel (Extraktionsmittel) besitzt eine in der Regel möglichst hohe Selektivität für den Extraktstoff. Trägermedium und Extraktionsmittel werden miteinander kontaktiert und es stellt sich idealerweise ein Verteilungsgleichgewicht für die Verteilung des Extraktstoffes zwischen Trägermedium und Extraktionsmittel ein. Nach Phasentrennung ist das gebildete Raffinat an Extraktstoff abgereichert und der gebildete Extrakt ist an Extraktstoff angereichert. Häufig reicht ein einziger Gleichgewichtsschritt für die gewünschte Anreicherung nicht aus, weil die Gleichgewichsteinstellung nicht vollständig oder die Selektivität nicht ausreichend war. Es kann dann mit mehreren, hintereinandergeschalteten Trennstufen gearbeitet werden. Um einen möglichst effizienten Stoffaustausch zwischen den nicht mischbaren fluiden Phasen zu bewirken, muß eine möglichst große Phasengrenze geschaffen werden. Zu diesem Zweck wird in Extraktionsapparaturen in der Regel eine der beiden Phasen in Tropfen verteilt, d.h. es

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

1.73.1602

10

15

3

wird ein Gemisch einer dispersen Phase und einer kontinuierlichen Phase erzeugt. Welche der beiden Phasen dispergiert
wird, hängt von mehreren Faktoren ab, z.B. Stoffeigenschaften, Mengen der Phasen oder Bauart der Extraktionsapparatur.
Im allgemeinen wird die Phase dispergiert, welche die größere
Oberfläche liefert; meist die Phase mit dem größeren Mengenstrom. Eine Verteilung der Phasen ist insbesondere dann
schwierig, wenn Phasen mit hoher Grenzflächenspannung eingesetzt werden. Hohe Grenzflächenspannung ist andererseits
wünschenswert, um die Bildung schwer entmischbarer Emulsionen
zu verhindern.

Aufgabe der Erfindung war es, Extraktionsverfahren weiter zu verbessern, insbesondere im Hinblick auf eine effiziente Vermischung von Trägermedium und Extraktionsmittel.

Es wurde nun gefunden, dass die Verwendung von statischen Mikromischern besonders gut geeignet ist zur Vermischung von Trägermedium und Extraktionsmittel in Extraktionsverfahren.

- 20 Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Durchführung von Extraktionen, wobei
  - mindestens zwei nicht miteinander mischbare fluide Phasen miteinander vermischt werden,
- wobei mindestens eine der Phasen mindestens einen mit der

  25 anderen Phase extrahierbaren Stoff enthält,
  wobei die Vermischung unter Verwendung mindestens eines
  statischen Mikromischers erfolgt, welcher mindestens ein
  Bauteil in Form einer Platte aufweist und wobei die Platte
- mindestens eine Eintrittsöffnung für den Eintritt

  30 mindestens eines Fluidstroms in einen in der Plattenebene
  liegenden Verbindungskanal und mindestens eine

1.005/018772

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

4

Austrittsöffnung für den Austritt des Fluidstroms in eine in der Plattenebene liegende Mischzone aufweist,

- wobei die Eintrittsöffnung mit den Austrittsöffnungen durch den in der Plattenebene liegenden Verbindungskanal kommunizierend verbunden ist und

5

10

15

20

25

30

- wobei der Verbindungskanal vor der Mündung in die Mischzone durch Mikrostruktureinheiten in zwei oder mehr Teilkanäle aufgespalten wird, wobei die Breiten der Teilkanäle im Millimeter bis Submillimeterbereich liegen und kleiner sind als die Breite der Mischzone.

Vorteile der Verwendung der statischen Mikromischer sind die Verkleinerung der Extraktorgröße und damit Integrierbarkeit in weitere Systeme. Es wird bei relativ geringen Druckverlusten eine schnelle und intensive Durchmischung ermöglicht bei kleinem Bauraum und einfacher Herstellung der benötigten Bauteile. Die Mikromischer können mit einem Abscheider in einer Mischer/Abscheider-Einheit integriert sein, ein Abscheider kann aber auch separat nachgeschaltet werden. Durch das Zusammenwirken bzw. Hintereinanderschalten zweier oder mehrerer integrierter oder separater Mischer/Abscheider-Einheiten in einer Mischer/Abscheider-Batterie auf engem Raum ergeben sich weitere Möglichkeiten der Prozessoptimierung, insbesondere hinsichtlich der Erreichung des gewünschten An- bzw. Abreicherungsgrades. Die mit den erfindungsgemäß eingesetzten statischen Mikromischern erzielbare effiziente Bildung von großen Grenzflächen insbesondere auch bei Vermischung von Fluiden mit hoher Grenzflächenspannung, unterstützt die Einstellung des Verteilungsgleichgewichts. Es können Mischzeiten zwischen 1

s und wenigen Millisekunden erzielt werden.

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

5

Eine Klasse von bekannten Mikromischern beruht auf diffusionskontrollierten Mischvorgängen. Hierfür werden abwechselnd benachbarte Fluidlamellen einer Stärke im Mikrometerbereich erzeugt. Durch die Wahl der Geometrie ist ein Einstellen der Breite der Fluidlamellen und damit der Diffusionswege möglich. Derartige statische Mikromischer werden z.B. beschrieben in DE 199 27 556 A1, DE 202 06 371 U1, WO 02/089962. Nachteil der auf Diffusion zwischen mikroskopischen Fluidlamellen beruhender Mikromischer ist, dass eine relativ geringe Strömungsgeschwindigkeit zur Erzeugung und Aufrechterhaltung laminarer Strömungsverhältnisse erforderlich ist. Mit diesem Mischprinzip sind nur relativ geringe Durchsätze möglich.

15

20

25

30

10

Außerdem sind Mikromischer bekannt, die aus mit durchgehenden Kanälen versehenen Führungsbauteilen oder mit Nuten versehenen Folien bestehen, die beim Übereinanderschichten eine Anzahl von Kanälen für die verschiedenen, zu vermischenden Fluide ergeben, wobei die Dimensionen der Kanäle im Mikrometerbereich liegen. Die Eduktströme treten als benachbarte Fluidlamellen aus den Kanälen in einen Mischraum aus, wobei die Vermischung durch Diffusion und/oder Turbulenz erfolgt (siehe insbesondere WO 97/17130 und dort zitierte Literatur sowie WO 97/17133, WO 95/30475, WO 97/16239, WO 00/78438). Die Herstellung dieser Bauteile ist relativ teuer und aufwändig und es können bei der Durchleitung der zu mischenden Fluide durch eine Vielzahl langer und sehr schmaler Kanäle relativ hohe Druckverluste auftreten. Dies kann den Einsatz starker Pumpsysteme erforderlich machen, wenn hohe Durchsätze erreicht werden sollen.

PF 2005/018772

10

15

20

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

6

Unter dem Begriff "Fluid" wird ein gasförmiger oder flüssiger Stoff oder ein Gemisch solcher Stoffe verstanden, das einen oder mehrere feste, flüssige oder gasförmige Stoffe gelöst oder dispergiert enthalten kann.

Der Begriff "Teilkanäle" umfaßt auch eine Aufspaltung des Fluidstroms in Teilströme durch Mikrostruktureinbauten unmittelbar vor dem Austritt in die Mischzone. Die Dimensionen, insbesondere die Längen und Breiten dieser Einbauten können dabei im Bereich von Millimetern liegen oder vorzugsweise kleiner 1 mm betragen. Die Teilkanäle sind vorzugsweise auf die zur Strömungskontrolle absolut nötige Länge verkürzt und erfordern daher für einen bestimmten Durchsatz vergleichbar geringe Drücke. Vorzugsweise liegt das Verhältnis der Länge zur Breite der Teilkanäle im Bereich von 1:1 bis 20:1, insbesondere von 8:1 bis 12:1, besonders bevorzugt etwa 10:1. Die Mikrostruktureinbauten sind vorzugsweise so ausgestaltet, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Fluidstroms bei Austritt in die Mischzone sowohl größer ist als bei Eintritt in den Verbindungskanals und vorzugsweise auch größer ist als die Strömungsgeschwindigkeit der Mischung durch die Mischzone.

Die auf den Platten aufgebrachten Verbindungs- und Teilkanäle sind in Freiform ausführbar. Sowohl die Platten als
auch jeder darauf enthaltene einzelne Kanal können in Höhe,
Breite und Dicke variieren, um auch unterschiedliche Medien
und Mengen fördern zu können. Die Grundform der Platten ist
beliebig und kann rund z.B. kreisförmig oder elliptisch oder
eckig, z.B. rechteckig oder quadratisch sein. Die Platten-

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

. 110:01:5772

10

15

20

7

form kann auch in Bezug auf eine möglichst einfache Herstellung oder in Bezug auf ein möglichst geringes Gewicht und eine möglichst geringe ungenutzte Fläche optimiert sein. Die Ausgänge der Teilkanäle können in jeder beliebigen Weise angeordnet sein, von der geraden Linie bis zur beliebigen geometrischen Form. Die Austrittsöffnungen können z.B. auf einer kreisförmigen Linie angeordnet sein, insbesondere wenn die Mischzone von der Plattenebene vollständig umschlossen vorliegt. Es lassen sich zwei bzw. mehr als zwei Komponenten (A, B, C usw.) in einer Scheibe führen und diese mit gleichen oder unterschiedlichen Mengenverhältnissen mischen. Die Teilkanäle können zueinander oder bezogen auf die Linie, auf der die Ausgänge in die Mischzone liegen, in beliebigen Winkeln verlaufen. Es können mehrere Teilkanäle nebeneinander angeordnet werden, die jeweils z.B. Komponente A führen und im benachbarten Abschnitt derselben Scheibe können mehrere Teilkanäle nebeneinander angeordnet werden, die jeweils z.B. Komponente B führen. Die Bauteile können mittels zusätzlicher Durchbrüche und zusätzlicher Teilkanäle in den Platten jedoch auch so gestaltet sein, dass sich von Teilkanal zu Teilkanal die Komponenten A, B usw. in derselben Platte abwechseln.

Die Teilkanäle weisen an der Mündung in die Mischzone bevorzugt eine Breite im Bereich von 1  $\mu$ m bis 2 mm sowie eine Tiefe im Bereich von 10  $\mu$ m bis 10 mm und besonders bevorzugt eine Breite im Bereich von 5  $\mu$ m bis 250  $\mu$ m sowie eine Tiefe im Bereich von 250  $\mu$ m bis 5 mm auf.

30 Der Verbindungskanal kann eine variable Breite haben. Vorzugsweise ist das Verhältnis der größten Breite des 55.248772

15

20

25

30

8

Verbindungskanals und/oder der Breite der Eintrittsöffnung zur Breite der Teilkanäle an deren Austritt in die Mischzone größer 2, besonders bevorzugt größer 5. Das Verhältnis der Breite der Mischzone zur Breite der Teilkanäle ist vorzugsweise größer 2, besonders bevorzugt größer 5.

Die plattenförmigen Bauteile können eine Dicke von 10 bis 1000  $\mu$ m haben. Die Höhe der Kanäle ist vorzugsweise kleiner 1000  $\mu$ m, besonders bevorzugt kleiner 250  $\mu$ m. Die Wanddicke der Mikrostruktureinbauten und des Kanalbodens ist vorzugsweise kleiner 100  $\mu$ m, besonders bevorzugt kleiner 70  $\mu$ m.

In einer besonderen Ausführungsform ist mindestens eine der Eintritts- oder Austrittsöffnungen oder die Mischzone von der Plattenebene vollständig umschlossen. Die Öffnungen liegen dann z.B. als runde oder eckige, z.B. rechteckige Ausnehmungen vor. Im Falle einer umschlossenen Mischzone ist die bevorzugte Form ellipsen- oder kreisförmig. Die Teilkanäle können sich in Form von Düsen in Richtung der Mischzone verjüngen. Die Teilkanäle können geradlinig oder spiralförmig gebogen sein. Die Teilkanäle können rechtwinklig in Bezug auf die Umfangslinie der Mischzone in die Mischzone münden oder in einem von 90° verschiedenen Winkel. Bei nicht rechtwinkligem Verlauf sind bei der Bildung eines Stapels aus mehreren Mischerplatten vorzugsweise jeweils Platten mit entgegengesetzter Abweichung vom rechten Winkel benachbart. Ebenso sind bei spiralförmigem Verlauf der Teilkanäle bei der Bildung eines Stapels aus mehreren Mischerplatten vorzugsweise jeweils Platten mit entgegengesetzter Drehrichtung der Spirale benachbart.

31500 13 91 of

10

15

9

Vorteilhaft ist auch, wenn die Teilkanäle einen gebogenen Verlauf in der Art aufweisen, dass den Zuflüssen in die Mischzone dieselbe Drehrichtung gegeben wird und sich innerhalb des Mischstroms ein starker Drall ausbildet, der zur Folge hat, dass ein Zentrifugal-Effekt entsteht. Die schwerere der flüssigen Komponenten wird sich bevorzugt am äußeren Rand des die Mischzone durchströmenden Mischstroms aufhalten und die leichtere Komponente in der Mitte des Mischstroms. Wenn sich das zu extrahierende Gut in der schwereren Phase befindet, kommt es auf diese Weise zu einer besonders innigen Vermischung mit der leichteren Phase, die aus den die Wandung des Hauptkanales bildenden Mikrokanälen zuströmt. Auf diese Weise kann die theoretische Bodenzahl einer Extraktion gesteigert werden. Ein derartiger, statischer Zentrifugalextraktor weist Vorteile eines Rotationsextraktors auf, ohne auf dessen aufwändige und störanfällige Mechanik angewiesen zu sein.

Der Verbindungskanal zwischen den Öffnungen ist vorzugsweise durch eine Vertiefung ausgebildet. Die Eintritts- und/oder Austrittsöffnung oder die Mischzone können aber auch am Plattenrand oder durch Aussparungen am Plattenrand angeordnet sein.

In einer weiteren besonderen Ausführungsform sind mindestens zwei Eintrittsöffnungen für mindestens zwei verschiedene Fluidströme vorhanden, wobei jede Eintrittsöffnung durch je einen Verbindungskanal mit der Mischzone verbunden ist.

Dabei liegen vorzugsweise zwei Austrittsöffnungen für zwei verschiedene Fluide an gegenüberliegenden Seiten der

20

25

30

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

10

Mischzone, wobei die Mischzone vorzugsweise vollständig umschlossen innerhalb der Plattenebene positioniert ist.

Als Material für die Bauteile eignen sich z.B. Metalle,

insbesondere korrosionsbeständige Metalle wie z.B. Edelstahl, sowie Gläser, Keramik oder Kunststoff. Die Bauteile
können hergestellt werden durch an sich bekannte Techniken
zur Erzeugung von Mikrostrukturen auf Oberflächen, z.B.
durch Ätzen oder Fräsen von Metallen oder durch Prägen oder
Spritzen von Kunststoffen.

Ein erfindungsgemäß eingesetzter statischer Mikromischer weist ein Gehäuse mit mindestens 2 Fluidzuführungen und mindestens einer Fluidabführung auf. In dem Gehäuse befinden sich eine oder mindestens 2 zu einem Stapel angeordnete plattenförmige Mikromischerbauteile. Aus einer beliebigen Anzahl an Platten können Stapel erzeugt werden, die einen der Stapelhöhe entsprechenden Durchfluß realisieren lassen. Um an jeder Stelle des Mischers denselben Druck zu gewährleisten, kann bei größeren Längen die Fluidzufuhr an mehreren Stellen erfolgen. Nuten oder Stege in bzw. auf den Platten können der Stapel- und Justierbarkeit dienen. Die Platten liegen so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen Nebenkanäle zum Zuführen des jeweiligen Träger- bzw. Extraktionsfluids und die Austrittsöffnungen bzw. die Mischzonen zusammen einen Hauptkanal zum Abführen der Fluidmischung bilden und sich die Haupt- und Nebenkanäle durch den Stapel erstrecken. Wenn die Eintrittsöffnungen als Aussparungen am Plattenrand angeordnet sind, bildet die Gehäusewand einen den jeweiligen Nebenkanal nach außen abschließenden Teil der Nebenkanalwand. Wenn die Mischzone als Aussparung am Plattenrand angeordnet ist,

7.355/048772

11

bildet die Gehäusewand einen den Hauptkanal nach außen abschließenden Teil der Hauptkanalwand. Insgesamt kann der Mikromischer z.B. mindestens 5, 10, 100 oder auch mehr als 1000 Teilkanäle aufweisen und besteht aus einem Stapel von mit jeweils mehreren Teilkanälen aufweisenden Platten.

Vorzugsweise ist jeder aus einer Austrittsöffnung einer Platte in die Mischzone austretende Teilstrom eines ersten Fluids A einem aus einer Austrittsöffnung einer benachbarten Platte in die Mischzone austretenden Teilstroms eines zweiten Fluids B unmittelbar benachbart und es kommt in der Mischzone zu einer Vermischung durch Diffusion und/oder Turbulenz, wobei eine Vermischung bevorzugt ist, die zumindest teilweise oder vollständig durch Turbulenz erfolgt.

15

20

25

30

10

In einer Ausführungsform des Mikromischers sind die Verbindungskanäle der Platten durch Vertiefungen ausgebildet und die Verbindungskanäle werden vor der Mündung in die Mischzone durch auf den Platten angebrachte Mikrostruktureinheiten in Teilkanäle aufgespalten. In einer alternativen Ausführungsform sind die Verbindungskanäle der Platten durch Ausnehmungen in den Platten gebildet, wobei die Platten als Zwischenplatten zwischen je einer Deck- und einer Bodenplatte angeordnet sind und die Verbindungskanäle vor der Mündung in die Mischzone durch an den Deck- und/oder Bodenplatten angebrachten Mikrostruktureinheiten in Teilkanäle aufgespalten werden. In die erfindungsgemäßen Mikromischer können zur Wärmezuoder -abführung Wärmetauscher integriert sein. Dadurch kann aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Verteilungskoeffizienten das Trennverhalten weiter optimiert werden und es

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

France 14 of Sci

12

lassen sich unter Kühlung Tieftemperaturextraktionen temperaturempfindlicher Stoffe durchführen.

Bei dem erfindungsgemäßen Extraktionsverfahren ist vorzugsweise die Strömungsgeschwindigkeit des Fluidstroms oder der
Fluidströme in die Mischzone größer als die Strömungsgeschwindigkeit der Mischung innerhalb der Mischzone. Besonders bevorzugt sind Ausgestaltungen des Mikromischers sowie
Strömungsgeschwindigkeiten, bei denen in der Mischzone
Turbulenz erzeugt wird und die Mischung in der Mischzone
ganz oder zumindest teilweise durch Turbulenz erfolgt.

Die beiden fluiden Phasen können entweder über verschiedene Nebenkanäle zugeführt werden oder eine der Phasen (vorzugsweise die kontinuierliche Phase) wird durch den Hauptkanal und eine zweite Phase (vorzugsweise die zu dispergierende Phase) über einen Nebenkanal zugeführt.

Zur Erhöhung der Kapazität der erfindunsgemäßen Verfahren

20 kann die Anzahl der Kanäle in den Platten erhöht werden oder
die Anzahl der übereinandergeschichteten Platten in einem
Mikromischer kann erhöht werden oder es können mehrere Mikromischer modulartig parallel zusammengeschaltet betrieben
werden. Es können auch zwei oder mehrere Mikromischer in

25 Reihe geschaltet hintereinander betrieben werden, insbesondere zur Verbesserung der Trennleistung. Dabei können Abscheider zur Trennung und Separierung der nichtmischbaren Phasen
entweder in den Mikromischern integriert sein und/oder den
Mikromischern als separate Einheiten nachgeschaltet sein.

15

25

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

13

Nachfolgend werden beispielhafte Ausführungsformen von erfindungsgemäß geeigneten Bauteilen und Mikromischern anhand von Zeichnungen erläutert.

- Fig. 1a-b Mischplatten mit zwei Eintrittsöffnungen für zwei Fluidströme wobei Ein- und Austrittsöffnungen umschlossen sind
  - Fig. 1c Mischplatte mit einer einzigen Eintrittsöffnung, wobei Ein- und Austrittsöffnungen umschlossen sind
  - Fig. 1d Mischplatte mit jeweils umschlossener Eintritts-,
    Durchtritts- und Austrittsöffnung
  - Fig. 2a-c Mischplatten mit drei Eintrittsöffnungen für bis zu drei gleiche oder verschiedene Fluidströme, wobei Ein- und Austrittsöffnungen umschlossen sind
  - Fig. 3a-b Mischplatten mit zwei Eintrittsöffnungen am
    Plattenrand für zwei Fluidströme und umschlossener Austrittsöffnung
- Fig. 3c-d Mischplatten mit vier Eintrittsöffnungen am

  Plattenrand für bis zu vier gleiche oder verschiedene Fluidströme und umschlossener Austrittsöffnung
  - Fig. 4a-f Mischplatten mit umschlossener Eintrittsöffnung und umschlossener Durchtrittsöffnung für zwei Fluidströme und Austrittsöffnung am Plattenrand
  - Fig. 5a-b Mischplatten mit umschlossener Eintrittsöffnung und zwei umschlossenen Durchtrittsöffnungen für bis zu drei verschiedene Fluidströme und Austrittsöffnung am Plattenrand
- 30 Fig. 6a Längsschnitt des schematischen Aufbaus eines statischen Mikromischers

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

14

Fig. 6b Mischerscheibe in einem offenen Gehäuse

- Fig. 7a-b Mischplatten mit umschlossenen Ein- und Durchtrittsöffnungen und zusätzlichen Teilkanälen,
  wobei benachbarte Teilkanäle von verschiedenen
  Fluiden durchströmt werden können
- Fig. 8a,c Mischplatten mit umschlossenen Ein- und Durchtrittsöffnungen und zusätzlichen Teilkanälen,
  wobei benachbarte Teilkanäle von verschiedenen
  Fluiden durchströmt werden können
- 10 Fig. 8b Mischplatte mit umschlossener Eintrittsöffnung und drei umschlossenen Durchtrittsöffnungen und zusätzlichen Teilkanälen, wobei benachbarte Teilkanäle von verschiedenen Fluiden durchströmt werden können
- 15 Fig. 9 Mikromischer mit Gehäuse und einem Stapel aus mehreren Mischplatten

Eine Ausführungsform ist in Fig. 1a und Fig. 1b dargestellt.

Die Platten (1) weisen je zwei umschlossene Eintrittsöffnun
20 gen (2) auf. Jede Eintrittsöffnung (2) ist mit je einem, in
der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden. Jeder Vertiefungskanal (3) wird
durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine
Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten. Die Teilkanäle

25 (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in eine umschlossene Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind
auf einer kreisförmigen Linie um die Mischzone (5) herum
angeordnet. Mischzone (5) und Eintrittsöffnungen (2) sind
als Durchbrüche in den Platten ausgebildet. Die Mikro-

30 struktureinheiten sind beispielhaft spiralförmig gebogen ausgebildet, wobei die Spiralen in Fig.1a und Fig. 1b ent-

25

30

15

gegengesetzten Drehsinn haben. Die Mikrostruktureinheiten können aber auch geradlinig, ungebogen ausgebildet sein. Wenn die Platten rund ausgebildet sind, weisen sie vorzugsweise am Rand Aussparungen (8) auf, welche mit Halterungselementen (14) in einem Gehäuse (11) zusammenwirken können, um ein Verdrehen oder Verrutschen der Platten zu vermeiden. Die Platten können aber auch eckig, vorzugsweise viereckig, z.B. quadratisch ausgebildet sein. Dann können die Aussparungen und Halterungselemente entfallen. Durch die zwei Eintrittsöffnungen (2) können zwei verschiedene Fluidströme 10 in einer Ebene der Mischzone (5) zugeführt werden, wobei die den beiden verschiedenen Fluidströmen zugeordneten Austrittsöffnungen vorzugsweise einander gegenüber liegen. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinander liegenden Bauteilen auf, wobei sich Platten 15 gemäß Fig. 1a mit solchen gemäß Fig. 1b abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABAB usw. ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen Nebenkanäle zum Zuführen des jeweiligen Fluidstroms und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden.

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 1c dargestellt. Die Platte (1) weist eine einzige umschlossene Eintrittsöffnung (2) auf, welche mit einem in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden ist.

15

20

25

30

16

Der Vertiefungskanal (3) wird durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in die Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer kreisförmigen Linie um die Mischzone (5) herum angeordnet. Mischzone (5) und Eintrittsöffnung (2) sind als Durchbrüche in der Platte ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten sind beispielhaft spiralförmig gebogen ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten können aber auch geradlinig, ungebogen oder in beliebigen anderen geometrischen Formen ausgebildet sein. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinander liegenden Bauteilen auf. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen einen Nebenkanal zum Zuführen eines Fluidstroms und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann eine der zu vermischenden Komponenten, vorzugsweise ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden. Diese Ausführungsform ist z.B. besonders geeignet zur Gas/Flüssig-Extraktion. Hierbei wird die flüssige Phase über den zentralen Hauptkanal zugeführt und die Gasphase wird über den Nebenkanal zugeführt. Vorteilhafterweise kann der Plattenstapel einen Aufbau mit alternierender Schichtstruktur haben, wobei abwechselnd Platten aufeinanderliegen, die spiralförmige Mikrostruktureinheiten (6) mit entgegengesetzter Drehrichtung aufweisen. Es kann aber auch nur ein einziger Plattentyp verwendet werden. Die Mikrostruktureinheiten sind dann vorzugsweise geradlinig ausgebildet und so geformt, dass die Teilkanäle Düsen bilden.

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

17

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 1d dargestellt. Die Platte (1) weist eine umschlossene Eintrittsöffnung (2), eine umschlossene Mischzone (5) und eine umschlossene Durchtrittsöffnung (9) auf. Die Eintrittsöffnung (2) ist mit einem in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden, welcher durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten wird. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in die Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer kreisförmigen Linie um 10 die Mischzone (5) herum angeordnet. Mischzone (5), Eintrittsöffnung (2) und Durchtrittsöffnung (9) sind als Durchbrüche in der Platte ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten sind beispielhaft spiralförmig gebogen ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten können aber auch geradlinig, ungebo-15 gen oder in beliebigen anderen geometrischen Formen ausgebildet sein. Mit zusätzlichen Einbauten (10) im Verbindungskanal können die Strömungsverhältnisse im Verbindungskanal (3) optimiert werden. Wenn die Platten rund ausgebildet sind, weisen sie vorzugsweise am Rand Aussparungen (8) auf, 20 welche mit Halterungselementen (14) in einem Gehäuse (11) zusammenwirken können, um ein Verdrehen oder Verrutschen der Platten zu vermeiden. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei Platten gemäß Fig. 1d abwechselnd um 180° 25 verdreht übereinander liegen. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart überund untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechs-30

eln und zwei Nebenkanäle zum Zuführen von zwei Fluidströmen

15

20

25

30

18

bilden und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden. Vorteilhafterweise kann der Plattenstapel einen Aufbau mit alternierender Schichtstruktur haben, wobei abwechselnd Platten aufeinanderliegen, die spiralförmige Mikrostruktureinheiten (6) mit entgegengesetzter Drehrichtung aufweisen. Es kann aber auch nur ein einziger Plattentyp verwendet werden. Die Mikrostruktureinheiten sind dann vorzugsweise geradlinig ausgebildet und so geformt, dass die Teilkanäle Düsen bilden.

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 2a bis 2c dargestellt. Die Platten (1) weisen je drei umschlossene Eintrittsöffnungen (2) auf. Jede Eintrittsöffnung (2) ist mit je einem, in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden. Jeder Vertiefungskanal (3) wird durch mindestens eine Mikrostruktureinheit (6) in mindestens zwei Teilkanäle (7) aufgespalten. Durch eine größere Anzahl an Mikrostruktureinbauten kann eine Aufspaltung in eine entsprechend größere Anzahl an Teilkanälen erfolgen. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in die Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer kreisförmigen Linie um die Mischzone (5) herum angeordnet. Mischzone (5) und Eintrittsöffnungen (2) sind als Durchbrüche in den Platten ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten können spiralförmig mit verschiedenen Drehrichtungen oder geradlinig ausgebildet sein. Durch die drei Eintrittsöffnungen (2) können gleiche oder bis zu drei verschiedene Fluidströme in einer Ebene der Mischzone (5) zugeführt werden. Ein Mikromischer weist

vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei sich die verschiedenen Plattentypen gemäß Fig. 2a, 2b und 2c abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur, z.B. ABCABC ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass jeweils zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen Nebenkanäle zum Zuführen des jeweiligen Fluidstroms und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden.

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 3a und Fig. 3b 15 dargestellt. Die Platten (1) weisen je zwei am Plattenrand positionierte Eintrittsöffnungen (2) auf. Jede Eintrittsöffnung (2) ist mit je einem, in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden. Jeder Vertiefungskanal (3) wird durch eine Vielzahl von 20 Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in eine umschlossene Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer geraden Linie angeordnet. Die Mischzone (5) ist beispielhaft als rechteckiger 25 Durchbruch in den Platten ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten sind beispielhaft schräg zur Fließrichtung ausgebildet, wobei die Schrägen in Fig.1a und Fig. 1b entgegengesetzte Richtung aufweisen. Die Mikrostruktureinheiten können aber auch jeweils mit gleicher oder keiner Schräge ausgebil-30 det sein. Die Platten haben in etwa quadratische Grundform,

PCT/EP2004/006043

ા દેવુંદ હત છ

10

15

20

10 to 5 19772

können aber auch jede beliebige andere geometrische Grundform (eckig, rund, elliptisch etc.) haben. Durch die zwei Eintrittsöffnungen (2) können zwei verschiedene Fluidströme in einer Ebene der Mischzone (5) zugeführt werden, wobei die den beiden verschiedenen Fluidströmen zugeordneten Austrittsöffnungen bevorzugt einander gegenüber liegen. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei sich Platten gemäß Fig. 3a mit solchen gemäß Fig. 3b abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABAB ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen zusammen mit dem Mischergehäuse am Rand des Mischers Nebenkanäle zum Zuführen des jeweiligen Fluidstroms und die Mischzonen einen Hauptkanal im Innern des Mischers zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden.

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 3c und Fig. 3d dargestellt. Die Platten (1) weisen je vier am Plattenrand positionierte Eintrittsöffnungen (2) auf. Jede Eintrittsöffnungen (2) ist mit je einem, in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden.

Jeder Vertiefungskanal (3) wird durch mehrere Mikrostruktureinheiten (6) in mehrere Teilkanäle (7) aufgespalten. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in eine umschlossene Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer Kreislinie angeordnet. Die Verbindungskanäle

15

20

25

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

21

sind spiralförmig gebogen, wobei der Drehsinn der Spiralen in Fig. 3c und Fig. 3d entgegengesetzt sind. Die Mischzone (5) ist als Durchbruch in den Platten ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten sind beispielhaft gerade ausgebildet, können aber auch schräg oder spiralförmig gebogen sein. Die Platten haben in etwa quadratische Grundform, können aber auch jede beliebige andere geometrische Grundform (eckig, rund, elliptisch etc.) haben. Durch die vier Eintrittsöffnungen (2) können gleiche oder bis zu vier verschiedene Fluidströme in einer Ebene der Mischzone (5) zugeführt werden, wobei die verschiedenen Fluidströmen zugeordneten Austrittsöffnungen bevorzugt einander gegenüber liegen. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei sich Platten gemäß Fig. 3c mit solchen gemäß Fig. 3d mit entgegengesetztem Drehsinn der spiralartig gebogenen Verbindungskanäle abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABAB ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass die Eintrittsöffnungen zusammen mit dem Mischergehäuse am Rand des Mischers Nebenkanäle zum Zuführen des jeweiligen Fluidstroms und die Mischzonen einen Hauptkanal im Innern des Mischers zum Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden.

Weltere Ausführungsformen sind in Fig. 4a bis 4f darge-30 stellt. Die Platten (1) weisen je eine umschlossene Eintrittsöffnung (2) und je eine umschlossene Durchtrittsöff-

15

20

25

nung (9) auf. Jede Eintrittsöffnung (2) ist mit je einem, in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden. Jeder Verbindungskanal (3) wird durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten. Die Teilkanäle (7) münden durch am Rand der Platten angeordnete Austrittsöffnungen (4) in eine außerhalb der Plattenfläche liegende Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) können auf geraden Linien (Fig. 4e, 4f) oder auf Bogensegmenten angeordnet sein, wobei die Bogensegmente konvex (Fig. 4a, 4b) oder konkav (Fig. 4c, 4d) sein können. Die Eintrittsöffnungen (2) und die Durchtrittsöffnungen (9) sind als Durchbrüche in den Platten ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten können parallel oder in verschiedenen Winkeln zur durch den Verbindungskanal vorgegebenen Fließrichtung angestellt sein. Wenn die Platten rund ausgebildet sind, weisen sie vorzugsweise am Rand Aussparungen (8) auf, welche mit Halterungselementen (14) in einem Gehäuse (11) zusammenwirken können, um ein Verdrehen oder Verrutschen der Platten zu vermeiden. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei sich Platten gemäß Fig. 4a mit solchen gemäß Fig. 4b, bzw. Platten gemäß Fig. 4c mit solchen gemäß Fig. 4d, bzw. Platten gemäß Fig. 4e mit solchen gemäß Fig. 4f jeweils abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABAB ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. Vorzugsweise sind die Winkel der Teilkanäle bei der Mündung in die Mischzone in Relation zur Umfangslinie der Mischzone in benachbarten Platten verschie-30 den, besonders bevorzugt haben sie entgegengesetzte Abweichungen von 90°. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechseln und zwei im Innern des Mischers
liegende Nebenkanäle zum Zuführen von zwei Fluidströmen
bilden. Die Mischzone kann mit einem Gehäuse einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden.

Weitere Ausführungsformen sind in Fig. 5a und Fig. 5b dargestellt. Die Platten (1) weisen je eine umschlossene Eintrittsöffnung (2) und je zwei umschlossene Durchtritts-10 öffnungen (9) auf. Jede Eintrittsöffnung (2) ist mit je einem, in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden. Jeder Verbindungskanal (3) wird durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten. Die 15 Teilkanäle (7) münden durch am Rand der Platten angeordnete Austrittsöffnungen (4) in eine außerhalb der Plattenfläche liegende Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) können auf geraden Linien (Fig. 5a) oder auf Bogensegmenten (Fig. 5b) angeordnet sein, wobei die Bogensegmente konvex oder 20 konkav sein können. Die Eintrittsöffnungen (2) und die Durchtrittsöffnungen (9) sind als Durchbrüche in den Platten ausgebildet. Die Mikrostruktureinheiten können parallel oder in verschiedenen Winkeln zur durch den Verbindungskanal vorgegebenen Fließrichtung angestellt sein. Wenn die Platten 25 rund ausgebildet sind, weisen sie vorzugsweise am Rand Aussparungen (8) auf, welche mit Halterungselementen (14) in einem Gehäuse (11) zusammenwirken können, um ein Verdrehen oder Verrutschen der Platten zu vermeiden. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinander liegenden Bauteilen auf, wobei sich Platten der drei

15

20

25

verschiedenen Typen gemäß Fig. 5a bzw. 5b jeweils abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABCABC ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass jeweils verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. Vorzugsweise sind die Winkel der Teilkanäle bei der Mündung in die Mischzone in Relation zur Umfangslinie der Mischzone in benachbarten Platten verschieden, besonders bevorzugt haben sie entgegengesetzte Abweichungen von 90°. In dem Stapel liegen die Platten (1) so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechseln und drei im Innern des Mischers liegende Nebenkanäle zum Zuführen von bis zu drei verschiedenen Fluidströmen bilden. Die Mischzone (5) kann mit einem Gehäuse einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden.

In Fig. 6a ist in Form eines Längsschnitts der schematische Aufbau einer Ausführungsform eines statischen Mikromischers dargestellt. Ein Gehäuse (11) weist Fluidzuführungen (12a) auf. In dem Gehäuse (11) ist ein Stapel aus mehreren erfindungsgemäßen Mischerplatten (1) enthalten. Die Ein- und/oder Durchtrittsöffnungen der Platten können mittels einer vorzugsweise senkrecht zur Plattenebene beweglichen Verschlußvorrichtung (13a) verschlossen und geöffnet werden. Mit der Verschlußvorrichtung kann auch die Strömungsgeschwindigkeit eingestellt werden. Die Mischung kann von der innerhalb des Gehäuses liegenden Mischzone über eine geeignete Fluidabführung abgeführt werden.

30 In Fig. 6b ist der Querschnitt eines statischen Mischers dargestellt. In einem Gehäuse (11) ist eine Mischerplatte

and the contribution of

- (1) eingebaut, die mittels Aussparungen (8) und Halterungselementen (14) in Position gehalten wird. Als Mischerplatte ist beispielhaft eine solche gemäß Fig. 5a dargestellt.
- Weitere, bevorzugte Ausführungsformen sind in Fig. 7a-b und Fig. 8a-c dargestellt. Bei diesen Ausführungsformen weisen die Platten (1) nebeneinanderliegende Teilkanäle (7) und (13) auf, die abwechselnd von verschiedenen Fluidströmen durchströmt werden können und so verschiedene Fluidströme in einer Ebene unmittelbar benachbart der Mischzone (5) zuge-10 führt werden können.
- Die in Fig. 7a dargestellten Platten (1) weisen jeweils eine umschlossene Eintrittsöffnung (2), eine umschlossene Mischzone (5) und eine umschlossene Durchtrittsöffnung (9) auf. Die Eintrittsöffnung (2) ist mit einem in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden, welcher durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten wird. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen 20 (4) in die Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer kreisförmigen Linie um die Mischzone (5) herum angeordnet. Mischzone (5), Eintrittsöffnung (2) und Durchtrittsöffnung (9) sind als Durchbrüche in der Platte ausgebildet. In den Mikrostruktureinheiten (6) sind vertieft 25 ausgebildete weitere Teilkanäle (13) integriert, welche gegenüber dem Verbindungskanal (3) abgeschirmt sind und in die Mischzone (5) münden. Die Teilkanäle (7) und die weiteren Teilkanäle (13) sind abwechselnd benachbart angeordnet. Die Platten weisen zusätzliche Durchbrüche (12) auf, wobei 30 die Anzahl der Durchbrüche (12) und die Anzahl der zusätz-

15

20

25

30

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

26

lichen Teilkanäle (13) gleichgroß sind. Die Durchbrüche (12) sind so angeordnet, dass sie, wenn eine Platte (1) um 180° verdreht auf eine zweite Platte (1) gelegt wird, jeweils oberhalb der zusätzlichen Teilkanäle (13) der darunter liegenden Platte liegen. Ein durch die Eintrittsöffnung (2) in den Verbindungskanal (3) strömender Fluidstrom kann durch die Durchbrüche (12) in einen zusätzlichen Teilkanal (13) einer darunterliegenden Platte fließen. Die Winkel benachbarter Teilkanäle (7) und (13) zueinander und in Bezug auf die Umfangslinie der Mischzone können verschieden sein. In Fig. 7a haben die Winkel der Teilkanäle (7) gegenüber den Winkeln der zusätzlichen Teilkanäle (13) in Bezug auf die Umfangslinie der Mischzone (5) entgegengesetzte Abweichungen von 90°. Dadurch weisen die Austrittsöffnungen von je zwei Teilkanälen paarweise aufeinander zu. Dadurch können zwei verschiedene Fluidströme aufeinander zugeführt werden. Die Teilkanäle können aber auch parallel im rechten Winkel oder schräg zur Mischzone verlaufen. Fig. 7a zeigt nebeneinander zwei identische, um 180° verdrehte Platten (1). Fig 7b zeigt schematisch zwei um 180° verdreht aufeinandergelegte Platten. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei Platten gemäß Fig. 7a abwechselnd um 180° verdreht übereinander liegen. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme sowohl unmittelbar benachbart über- und untereinander als auch unmittelbar benachbart nebeneinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechseln und zwei Nebenkanäle zum Zuführen von zwei Fluidströmen bilden und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung

15

20

27

bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden. Außerdem liegen die Platten so übereinander, dass jeder zusätzliche Durchbruch (12) einer Platte mit je einem zugehörigen zusätzlichen Teilkanal (13) einer benachbarten Platte kommunizierend verbunden ist.

In Fig. 8a ist eine Ausführungsform ähnlich derjenigen der Fig. 7a dargestellt, mit dem Unterschied, dass die Teilkanäle (7) und die zusätzlichen Teilkanäle (13) parallel in gleichen Winkeln der Mischzone (5) schräg zugeführt werden. Die linke Platte der Fig. 8a unterscheidet sich dabei von der rechten Platte dadurch, dass der Winkel der Teilkanäle (7) und (13) zur Umfangslinie der Mischzone (5) eine entgegengesetzte Abweichung von 90° aufweist. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinander liegenden Bauteilen auf, wobei sich linke und rechte Platten gemäß Fig. 8a abwechseln und sich ein Aufbau mit alternierender Schichtstruktur ABAB ergibt. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme unmittelbar benachbart über- und untereinander der Mischzone (5) in entgegensetzten Winkeln zugeführt werden können.

In Fig. 8c ist eine Ausführungsform ähnlich derjenigen der
25 Fig. 8a dargestellt, mit dem Unterschied, dass die Teilkanäle (7) und die zusätzlichen Teilkanäle (13) parallel und
senkrecht zur Mischzone (5) zugeführt werden. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren,
aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei sich linke und
30 rechte Platten gemäß Fig. 8c abwechseln und sich ein Aufbau
mit alternierender Schichtstruktur ABAB ergibt. In dem

15

20

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

28

Stapel liegen die Platten so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechseln und zwei Nebenkanäle zum Zuführen von zwei Fluidströmen bilden und die Mischzonen einen Hauptkanal zum Abführen der Mischung bilden. Außerdem liegen die Platten so übereinander, dass jeder zusätzliche Durchbruch (12) einer Platte mit je einem zugehörigen zusätzlichen Teilkanal (13) einer benachbarten Platte kommunizierend verbunden ist. Hierdurch wird erreicht, dass zwei verschiedene Fluidströme sowohl unmittelbar benachbart über- und untereinander als auch unmittelbar benachbart nebeneinander der Mischzone (5) zugeführt werden können.

Eine weitere Ausführungsform ist in Fig. 8b dargestellt. Eine Platte (1) weist eine umschlossene Eintrittsöffnung (2), drei umschlossene Durchtrittsöffnungen (9) und eine umschlossene Mischzone (5) auf. Die Eintrittsöffnung (2) ist mit einem in der Plattenebene durch eine Vertiefung ausgebildeten Verbindungskanal (3) verbunden, welcher durch eine Vielzahl von Mikrostruktureinheiten (6) in eine Vielzahl von Teilkanälen (7) aufgespalten wird. Die Teilkanäle (7) münden durch die Austrittsöffnungen (4) in die Mischzone (5). Die Austrittsöffnungen (4) sind auf einer kreisförmigen Linie um die Mischzone (5) herum angeordnet. Mischzone (5), Eintrittsöffnung (2) und Durchtrittsöffnung (9) sind als Durchbrüche 25 in der Platte ausgebildet. In den Mikrostruktureinheiten (6) sind vertieft ausgebildete weitere Teilkanäle (13) integriert, welche gegenüber dem Verbindungskanal (3) abgeschirmt sind und in die Mischzone (5) münden. Die Teilkanäle (7) und die weiteren Teilkanäle (13) sind abwechselnd benachbart 30 angeordnet. Die Platten weisen zusätzliche Durchbrüche (12)

15

20

25

30

29

auf, wobei die Anzahl der Durchbrüche (12) und die Anzahl der zusätzlichen Teilkanäle (13) gleichgroß sind. Die Durchbrüche (12) sind so angeordnet, dass sie, wenn eine Platte (1) um 90° verdreht auf eine zweite Platte (1) gelegt wird, jeweils oberhalb der zusätzlichen Teilkanäle (13) der darunter liegenden Platte liegen. Ein durch die Eintrittsöffnung (2) in den Verbindungskanal (3) strömender Fluidstrom kann durch die Durchbrüche (12) in einen zusätzlichen Teilkanal (13) einer darunterliegenden Platte fließen. Die Winkel benachbarter Teilkanäle (7) und (13) zueinander und in Bezug auf die Umfangslinie der Mischzone können verschieden sein. In Fig. 8b haben die Winkel der Teilkanäle (7) gegenüber den Winkeln der zusätzlichen Teilkanäle (13) in Bezug auf die Umfangslinie der Mischzone (5) eine von 90° entgegengesetzte Abweichung. Dadurch weisen die Austrittsöffnungen von je zwei Teilkanäle paarweise aufeinander zu. Dadurch können zwei verschiedene Fluidströme aufeinander zugeführt werden. Die Teilkanäle können aber auch parallel im rechten Winkel oder schräg zur Mischzone verlaufen. Ein Mikromischer weist vorzugsweise einen Stapel von mehreren, aufeinanderliegenden Bauteilen auf, wobei Platten gemäß Fig. 8b in beliebiger Reihenfolge um 90°, 180° oder 270° verdreht übereinander liegen. Hierdurch wird erreicht, dass verschiedene Fluidströme sowohl unmittelbar benachbart über- und untereinander als auch unmittelbar benachbart nebeneinander der Mischzone (5) zugeführt werden können. Insgesamt können bis zu vier verschiedene Fluide mit dem Mikromischer vermischt werden. In dem Stapel liegen die Platten so übereinander, dass sich Eintrittsöffnungen (2) und Durchtrittsöffnungen (9) abwechseln und insgesamt vier Nebenkanäle zum Zuführen von bis zu vier Fluidströmen bilden und die Mischzonen einen Hauptkanal zum

2000/C3/C18772

10

15

20

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

30

Abführen der Mischung bilden. Über den Hauptkanal kann aber auch ein die spätere kontinuierliche Phase der Mischung bildendes Fluid zugeführt werden. Außerdem liegen die Platten so übereinander, dass jeder zusätzliche Durchbruch (12) einer Platte mit je einem zugehörigen zusätzlichen Teilkanal (13) einer benachbarten Platte kommunizierend verbunden ist.

In Fig. 9 ist beispielhaft eine mögliche Ausführungsform eines erfindungsgemäß einsetzbaren statischen Mikromischers in einer Explosionsdarstellung dargestellt. Ein Gehäuse (11) enthält einen Stapel an erfindungsgemäßen Bauteilen in Form von Platten (1). Dargestellt ist beispielhaft ein Stapel aus mehreren Platten gemäß Fig. 8a, es können aber auch andere erfindungsgemäße Platten verwendet werden, wobei gegebenenfalls die Gehäuseform, Anzahl und Position der Fluidzu- und abführungen etc. anzupassen sind. Die Platten (1) werden so eingesetzt, dass die Aussparungen (8) mit den Halterungselementen (14) zusammenwirken, um ein Verdrehen der Platten zu verhindern. Das Gehäuse weist zwei Fluidzuführungen (12a) zur Zuführung der Fluide auf. Das Gehäuse kann mit einem Deckel (15) verschlossen werden, welcher eine Fluidabführung

In einer Ausführungsform kann das erfindungsgemäße

25 Extraktionsverfahren nach dem Gegenstromprinzip durchgeführt werden, wobei die Zuführung der fluiden Phase mit geringerer Dichte unterhalb der Zuführung der fluiden Phase mit höherer Dichte erfolgt.

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

31

## Bezugszeichenliste

- 1 Platte
- 2 Eintrittsöffnung
- 5 3 Verbindungskanal
  - 4 Austrittsöffnung
  - 5 Mischzone
  - 6 Mikrostruktureinheit
  - 7 Teilkanal
- 10 8 Aussparung
  - 9 Durchtrittsöffnung
  - 10 Einbauten
  - 11 Gehäuse
  - 12 Durchbruch
- 15 12a Fluidzuführung
  - 13 zusätzlicher Teilkanal
  - 13a Verschlußvorrichtung
  - 14 Halterungselement
  - 15 Deckel
- 20 16 Fluidabführung

10

15

20

25

30

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

32

### Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Durchführung von Extraktionen, wobei
- mindestens zwei nicht miteinander mischbare fluide Phasen miteinander vermischt werden,
  - wobei mindestens eine der Phasen mindestens einen mit
    der anderen Phase extrahierbaren Stoff enthält,
    wobei die Vermischung unter Verwendung mindestens eines
    statischen Mikromischers erfolgt, welcher mindestens ein
    Bauteil in Form einer Platte (1) aufweist und wobei die
    Platte (1)
    - mindestens eine Eintrittsöffnung (2) für den Eintritt mindestens eines Fluidstroms in einen in der Plattenebene liegenden Verbindungskanal (3) und mindestens eine Austrittsöffnung (4) für den Austritt des Fluidstroms in eine in der Plattenebene liegende Mischzone (5) aufweist,
    - wobei die Eintrittsöffnung (2) mit den Austrittsöffnungen (4) durch den in der Plattenebene liegenden
      Verbindungskanal (3) kommunizierend verbunden ist und
    - wobei der Verbindungskanal (3) vor der Mündung in die Mischzone (5) durch Mikrostruktureinheiten (6) in zwei oder mehr Teilkanäle (7) aufgespalten wird, wobei die Breiten der Teilkanäle im Millimeter- bis Submillimeterbereich liegen und kleiner sind als die Breite der Mischzone (5).
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Mikromischer ein Gehäuse (11) mit mindestens 2 Fluidzuführungen (12a) und mindestens einer Fluidabführung (16) aufweist und das Gehäuse (11) mindestens eine oder

20

25

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

33

mehrere, zu einem Stapel angeordnete plattenförmige Bauteile (1) enthält.

- 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass
  mehrere Platten (1) eingesetzt werden, welche so übereinanderliegen, dass die Eintrittsöffnungen (2) Nebenkanäle
  zum Zuführen der jeweiligen zu vermischenden flüssigen
  Phase und die Mischzonen (5) zusammen einen Hauptkanal
  zum Abführen der vermischten Phase bilden und sich die
  Haupt- und Nebenkanäle durch den Stapel erstrecken.
  - 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Extraktionsmittel durch den Hauptkanal und die den zu extrahierenden Stoff enthaltende Phase durch mindestens einen Nebenkanal des Mikromischers geleitet werden.
  - 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Breiten der Teilkanäle (7) der Platten (1) an der Mündung in die Mischzone (5) 1  $\mu$ m bis 2 mm betragen.
    - 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der größten Breite des Verbindungskanals (3) und/oder der Breite der Eintrittsöffnung (2) zur Breite der Teilkanäle (7) der Platten (1) größer 2 ist.
- 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Länge zur Breite der Teilkanäle (7) der Platten (1) von 1:1 bis 20:1 beträgt.

10

15

20

30

WO 2005/018772 PCT/EP2004/006043

34

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Breite der
Mischzone (5) zur Breite der Teilkanäle (7) der Platten
(1) größer 2 ist.

- 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Platte (1) zusätzlich mindestens eine Durchtrittsöffnung (9) aufweist.
- 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine der Eintritts- (2) oder Durchtrittsöffnungen (9) oder die Mischzone (5) der Platte (1) von der Plattenebene umschlossen vorliegt und der Verbindungskanal (3) durch eine Vertiefung ausgebildet ist.
- 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine der
  Eintritts- (2) oder Durchtrittsöffnungen (9) oder die
  Mischzone (5) der Platte (1) am Plattenrand oder durch
  Ausparungen am Plattenrand angeordnet ist.
- 12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  25 dadurch gekennzeichnet, dass die Platte (1) mindestens
  zwei Eintrittsöffnungen (2) für mindestens zwei verschiedene Fluidströme aufweist, wobei jede Eintrittsöffnung (2) durch je einen Verbindungskanal (3) mit der
  Mischzone (5) verbunden ist.

5

1. 45 118712

- 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Platte (1) zwei Eintrittsöffnungen (2) für zwei verschiedene Fluidströme aufweist, wobei jede Eintrittsöffnung (2) durch je einen Verbindungskanal (3) mit der Mischzone (5) verbunden ist und die Austrittsöffnungen (4) der beiden Verbindungskanäle (3) einander gegenüberliegen.
- 14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  10 dadurch gekennzeichnet, dass die Austrittsöffnungen (4)
  der Platte (1) auf einer kreisförmigen Linie angeordnet
  sind.
- 15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  dadurch gekennzeichnet, dass die Platte (1) zusätzliche
  Durchbrüche (12) und in die Mikrostruktureinheiten (6)
  integrierte, von den Teilkanälen (7) getrennte, zusätzliche Teilkanäle (13) aufweist.
- 20 16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindungskanäle (3)
  der Platten (1) durch Vertiefungen ausgebildet sind und
  die Verbindungskanäle (3) vor der Mündung in die Mischzone (5) durch auf den Platten (1) angebrachten Mikrostruktureinheiten (6) in Teilkanäle (7) aufgespalten
  werden.
- 17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
  dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindungskanäle (3)
  der Platten (1) durch Ausnehmungen in den Platten (1)
  gebildet sind, wobei die Platten als Zwischenplatten

5

10

15

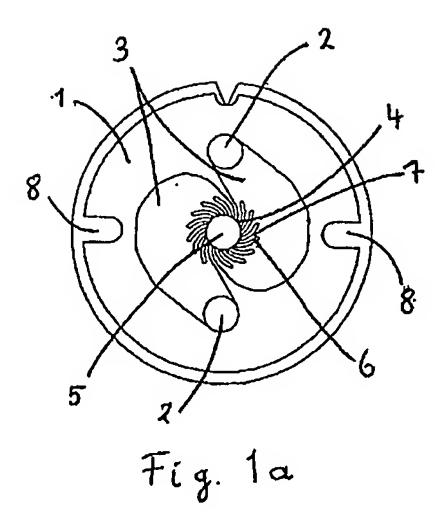
36

zwischen je einer Deck- und einer Bodenplatte angeordnet sind und die Verbindungskanäle (3) vor der Mündung in die Mischzone (5) durch an den Deck- und/oder Bodenplatten angebrachten Mikrostruktureinheiten (6) in Teilkanäle (7) aufgespalten werden.

- 18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Einströmungsgeschwindigkeit des Fluidstroms in die Mischzone (5) größer ist als die Strömungsgeschwindigkeit der Fluidmischung innerhalb der Mischzone.
- 19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der Mischzone Mischung zumindest teilweise durch Turbulenz erfolgt.

WO 2005/018772

PCT/EP2004/006043



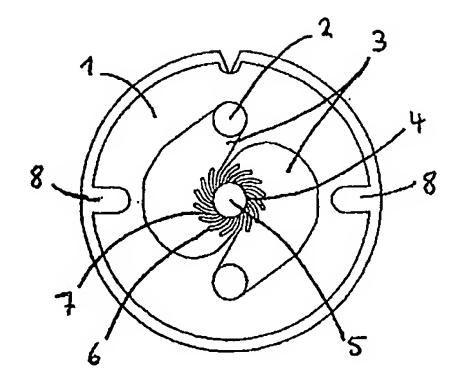


Fig. 1b

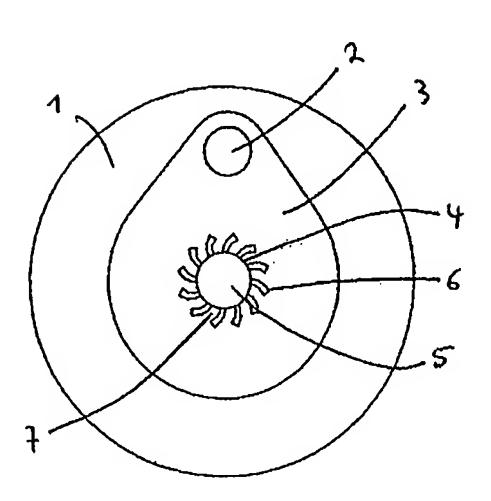


Fig. 1c

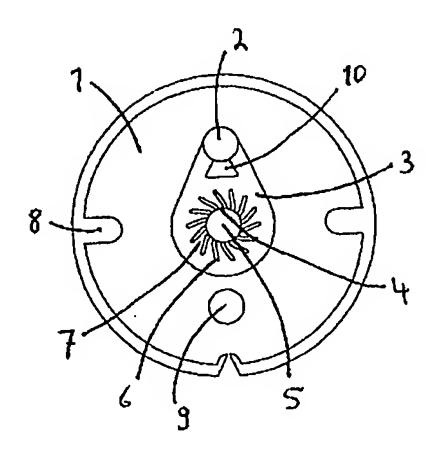


Fig. 1d

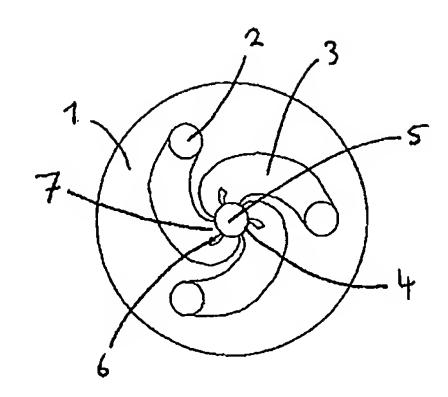


Fig. 2a

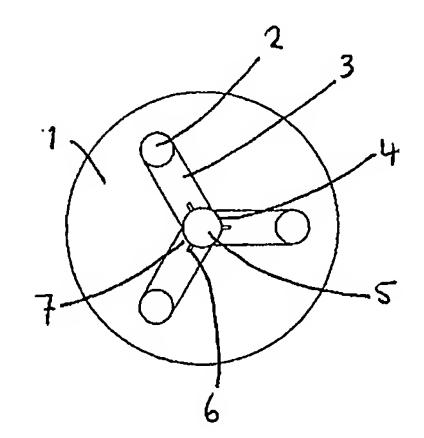


Fig 2 b

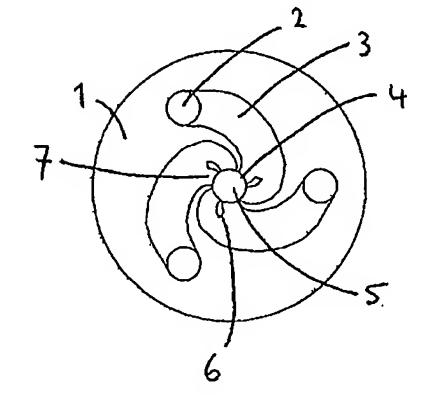
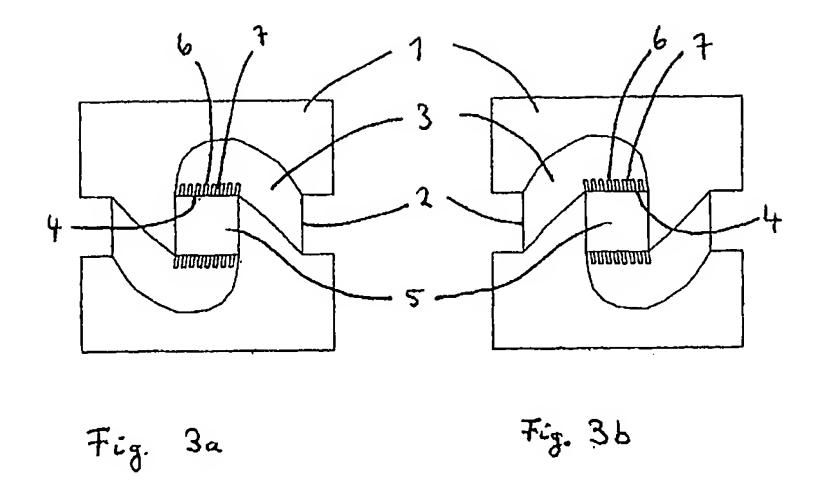


Fig. 2C



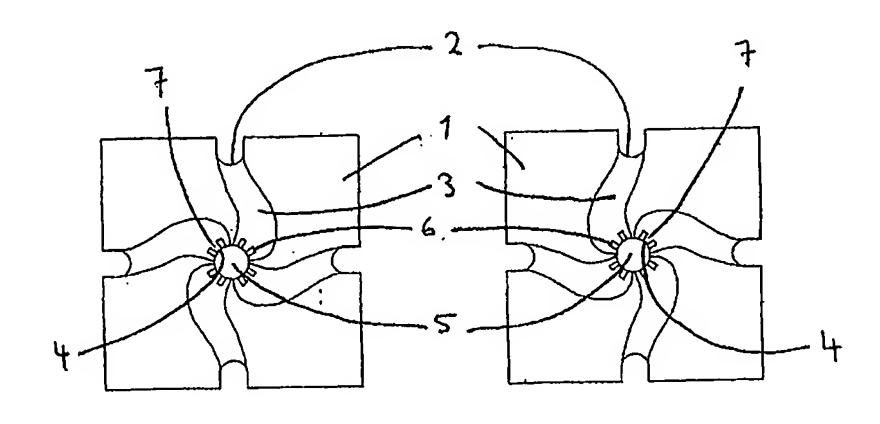


Fig. 3c

Fig. 3d

Fg. 4 e

4/9

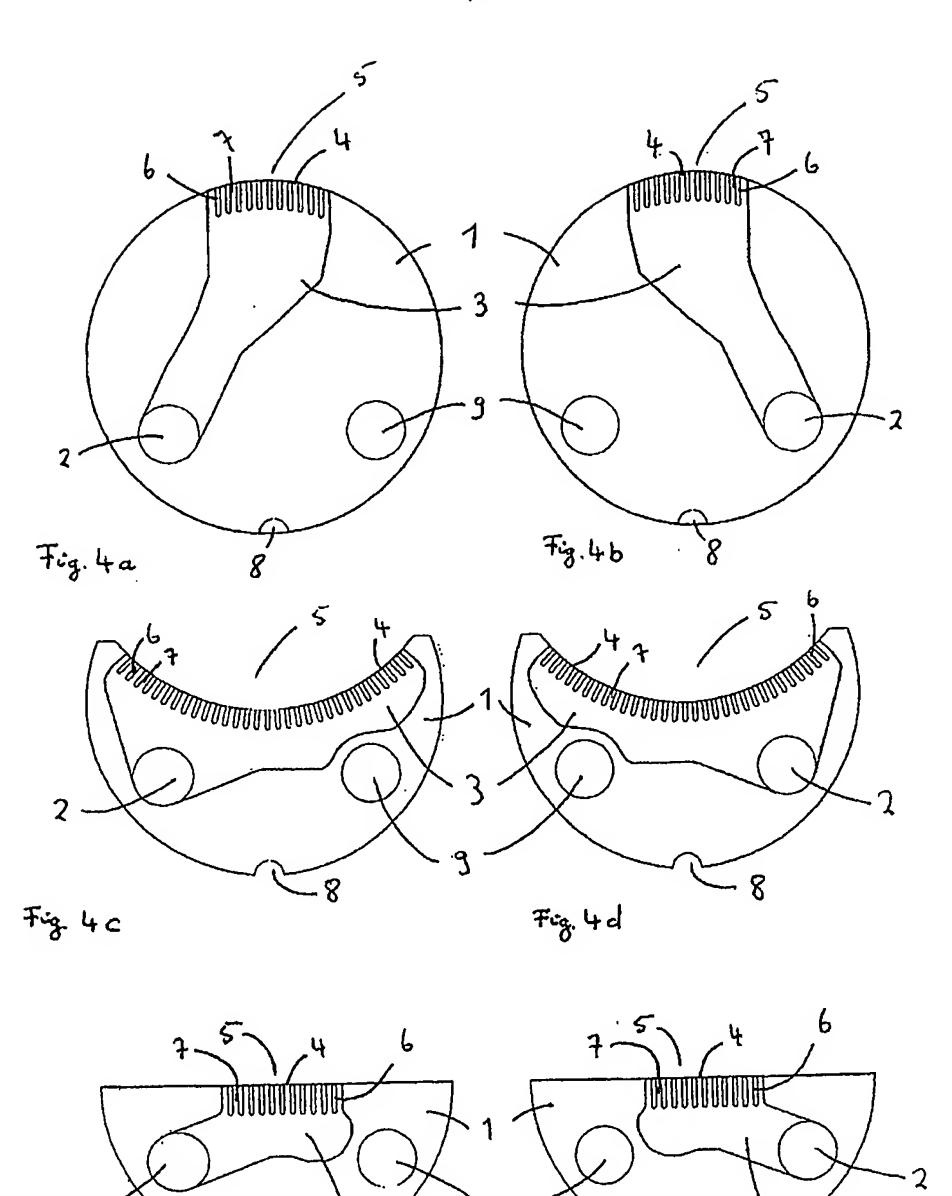


Fig. 4 f

**WO** 2005/018772

PCT/EP2004/006043

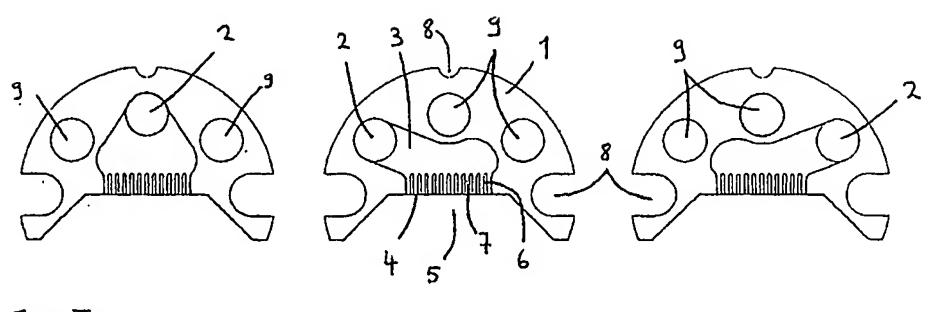


Fig. 5a

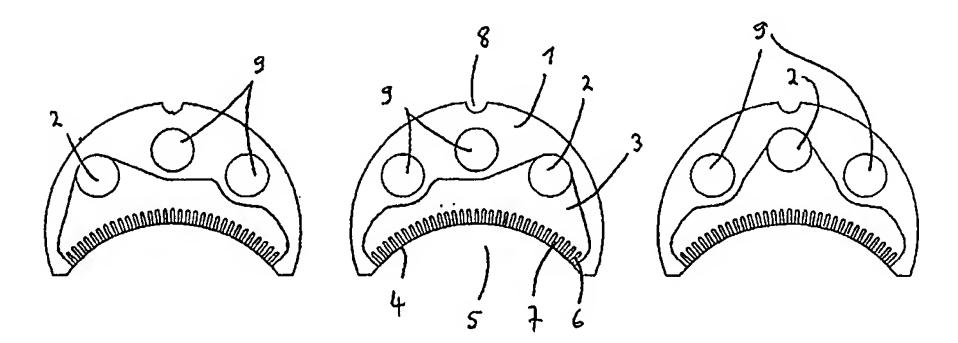
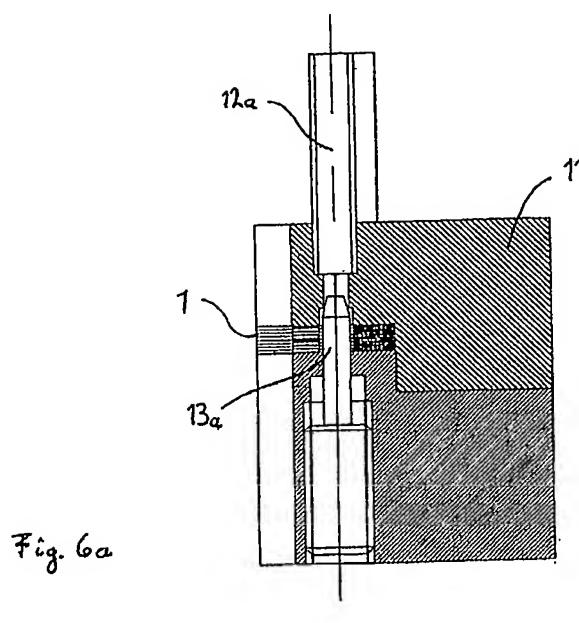


Fig. 5 b



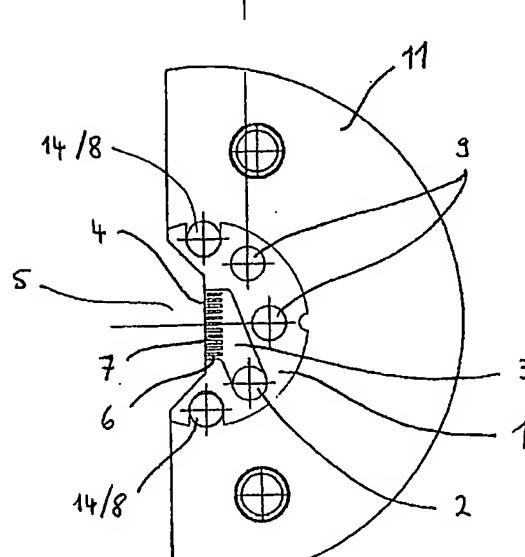
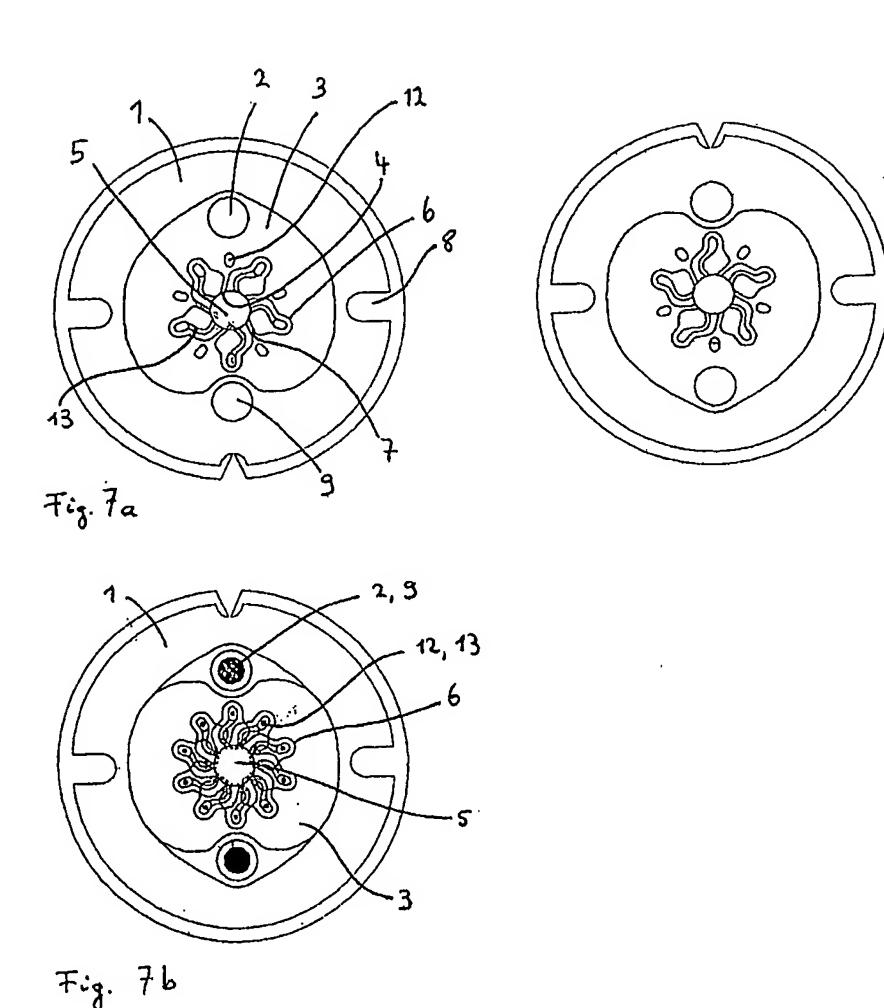
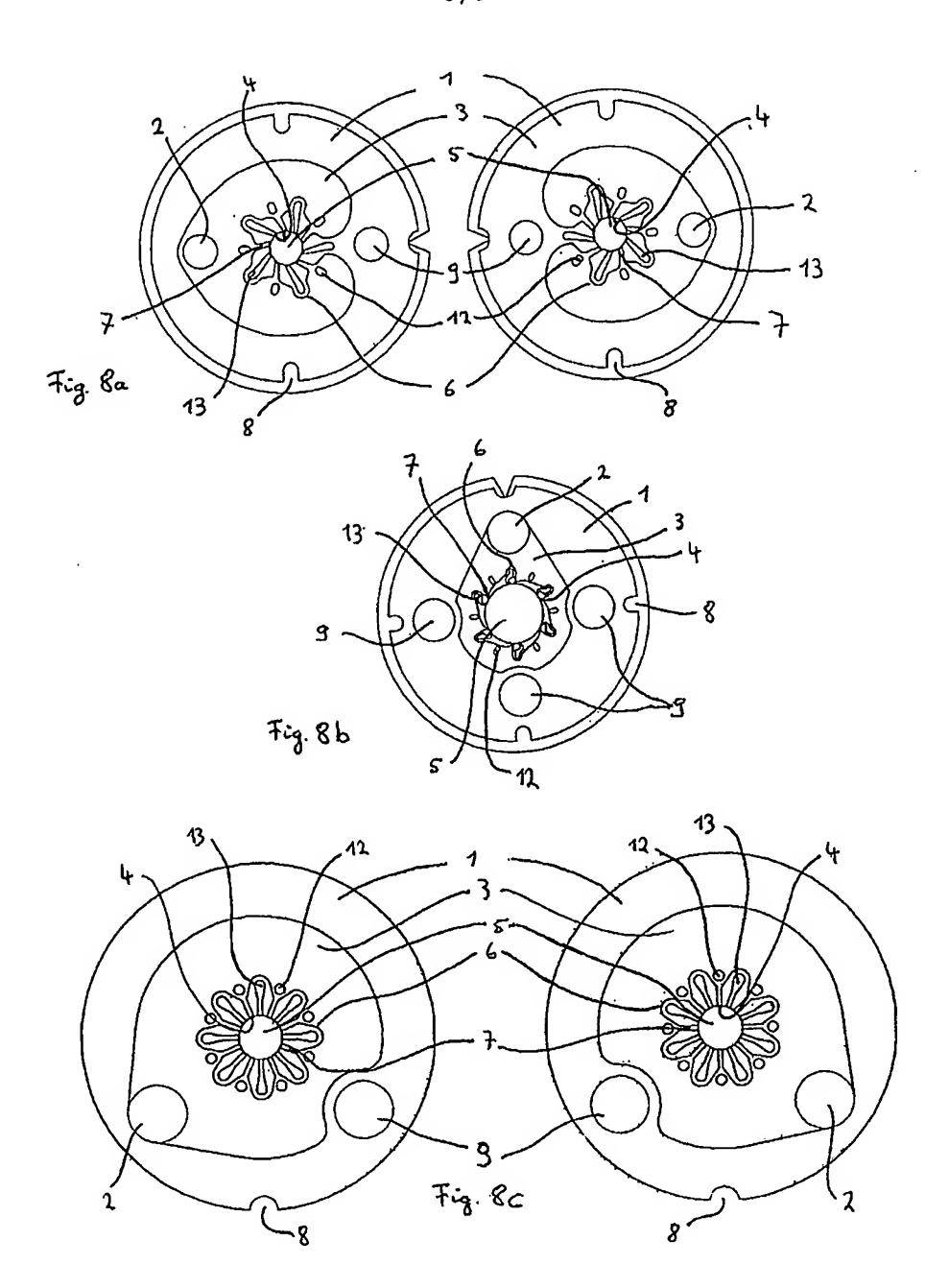


Fig. 6b

WO 2005/018772

PCT/EP2004/006043





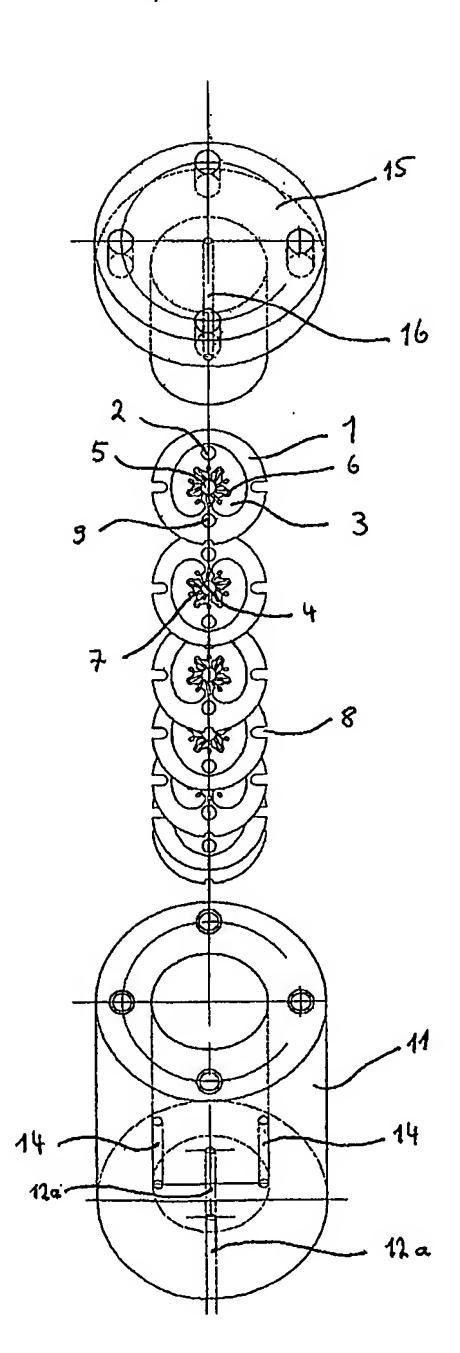


Fig. 9

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/EP2004/006043

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01D11/04 B01F5/06 B01F3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

#### B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 B01D B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 02/16017 A (FREITAG ANDREAS; HESSEL VOLKER; SCHIEWE JOERG (DE); DIETRICH THOMAS () 28 February 2002 (2002-02-28)	1,2,5-8, 10-13, 15-19
Y	page 1, lines 19-25 page 2, lines 20-23 page 14, line 15 - page 16, line 21 page 21	3,4,9,14
Υ	US 2003/039169 A1 (HESSEL VOLKER ET AL) 27 February 2003 (2003-02-27) paragraph '0051!; figures	3,4,9,14
A .	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2003, no. 05, 12 May 2003 (2003-05-12) & JP 2003 001077 A (MINOLTA CO LTD), 7 January 2003 (2003-01-07) abstract	1-19

Further documents are listed in the continuation of box C.	Y Patent family members are listed in annex.
<ul> <li>Special categories of clied documents:</li> <li>A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</li> <li>E* earlier document but published on or after the international filing date</li> <li>L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</li> <li>O* document reterring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</li> <li>P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</li> </ul>	<ul> <li>'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</li> <li>'X' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</li> <li>'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</li> <li>'&amp;' document member of the same patent family</li> </ul>
Date of the actual completion of the International search  22 September 2004	Date of mailing of the international search report  29/09/2004
Name and mailing address of the ISA  European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2  NL – 2280 HV Rijswijk  Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Persichini, C

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

J. 15/108/72

Internation No PCT/EP2004/006043 Hugh And Si

Colonius along DOCUMENT'S CONSIDERED TO BE RELEVANT  Gategory*  Citalian of document, with indicalian, where appropriate, of the referent passages  A  WO 02/089962 A (HARDT STEFFEN ; EHRFELD  WOLFGANG (DE); INST MIRROTECHNIK MAINZ  GMBH (D) 14 November 2002 (2002–11–14)  cited in the application  the whole document			PCI/EF20	04/006043	
WO 02/089962 A (HARDT STEFFEN; EHRFELD 1-19 WOLFGANG (DE); INST MIKROTECHNIK MAINZ GMBH (D) 14 November 2002 (2002-11-14) cited in the application the whole document				Training to the Na	
WOLFGANG (DE); INST MIKROTECHNIK MAINZ GMBH (D) 14 November 2002 (2002-11-14) cited in the application the whole document	atogory °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages		Helevant to claim No.	
		WOLFGANG (DE); INST MIKROTECHNIK MAINZ GMBH (D) 14 November 2002 (2002-11-14) cited in the application the whole document		1-19	
				1	

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Internal Application No
PCT/EP2004/006043

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WO 0216017	A	28-02-2002	DE AT AU DE WO EP US	10041823 A1 269149 T 1215102 A 50102620 D1 0216017 A2 1311341 A2 2004027915 A1	14-03-2002 15-07-2004 04-03-2002 22-07-2004 28-02-2002 21-05-2003 12-02-2004
US 2003039169	A1	27-02-2003	DE AT DE WO EP	19961257 A1 244596 T 50002879 D1 0143857 A1 1242171 A1	05-07-2001 15-07-2003 14-08-2003 21-06-2001 25-09-2002
JP 2003001077	Α	07-01-2003	US	2004011413 A1	22-01-2004
WO 02089962	A	14-11-2002	DE WO EP US	10123093 A1 02089962 A2 1390131 A2 2004125689 A1	21-11-2002 14-11-2002 25-02-2004 01-07-2004

#### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nales Aktenzeichen

Sign of the second

PCT/EP2004/006043 A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 B01D11/04 B01F5/06 B01F3/04 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchlerter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 B01D B01F Recherchlerte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, PAJ, WPI Data

Kalegorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 02/16017 A (FREITAG ANDREAS; HESSEL VOLKER; SCHIEWE JOERG (DE); DIETRICH THOMAS () 28. Februar 2002 (2002-02-28)	1,2,5-8, 10-13, 15-19
Y	Seite 1, Zeilen 19-25 Seite 2, Zeilen 20-23 Seite 14, Zeile 15 - Seite 16, Zeile 21 Seite 21	3,4,9,14
<b>Y</b>	US 2003/039169 A1 (HESSEL VOLKER ET AL) 27. Februar 2003 (2003-02-27) Absatz '0051!; Abbildungen	3,4,9,14
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN  Bd. 2003, Nr. 05,  12. Mai 2003 (2003-05-12)  & JP 2003 001077 A (MINOLTA CO LTD),  7. Januar 2003 (2003-01-07)  Zusammenfassung  -/	1-19

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Slehe Anhang Patentfamilie
*Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :  *A* Veröffentlichung, die den aligemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist  *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  *L* Veröffentlichung, die geelgnet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)  *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Aussteltung oder andere Maßnahmen bezieht  *P* Veröffentlichung, die vor dem Internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist  Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	<ul> <li>*T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidlert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden Theorie angegeben ist</li> <li>*X° Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</li> <li>*Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</li> <li>*&amp;* Veröffentlichung, die Mitgiled derselben Patentfamilie ist</li> <li>Absendedatum des internationalen Recherchenberichts</li> </ul>
Name und Poslanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31–70) 340–3016	Bevollmächtigter Bediensteter Persichini, C

# INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzelchen
PCT/EP2004/006043

	04/006043				
	.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN  ategorie* Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr.				
Kategorie*	pezeichnung der veröhentlichung, soweit enorderlich unter Angabe der in Betracht kommen	uen 16116	Betr. Anspruch Nr.		
A	WO 02/089962 A (HARDT STEFFEN; EHRFELD WOLFGANG (DE); INST MIKROTECHNIK MAINZ GMBH (D) 14. November 2002 (2002-11-14) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument		1-19		
•					

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intermales Aktenzeichen
PCT/EP2004/006043

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		t	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung	
WO	0216017	Α	28-02-2002	DE	10041823	A1	14-03-2002
				AT	269149	T	15-07-2004
				AU	1215102	Α	04-03-2002
				DE	50102620	D1	22-07-2004
				WO	0216017	A2	28-02-2002
				EP	1311341	A2	21-05-2003
				US	2004027915	A1	12-02-2004
US	2003039169	A1	27-02-2003	DE	19961257	A1	05-07-2001
				ΑT	244596	T	15-07-2003
				DE	50002879	D1	14-08-2003
				WO	0143857	• • –	21-06-2001
				EP	1242171	A1	25-09-2002
JP	2003001077	A	07-01-2003	US	2004011413	A1	22-01-2004
WO	02089962	Α	14-11-2002	DE	10123093	A1	21-11-2002
				WO	02089962	A2	14-11-2002
				EP	1390131	A2	25-02-2004
				US	2004125689	A1	01-07-2004